

Method and device for dyeing a textile substrate in at least one supercritical fluid**Publication number:** DE19928405**Publication date:** 2000-12-28**Inventor:** EGGERS RUDOLF (DE); TRUCKENMUELLER KURT (DE)**Applicant:** AMANN & SOEHNE (DE)**Classification:**

- International: D06B23/20; D06P1/94; D06B23/00; D06P1/00; (IPC1-7): D06B5/16; D06B21/02

- European: D06B23/20B; D06P1/94

Application number: DE19991028405 19990622**Priority number(s):** DE19991028405 19990622**Also published as:**

EP1063338 (A2)

US6796151 (B1)

EP1063338 (A3)

EP1063338 (B1)

ES2179800T (T3)

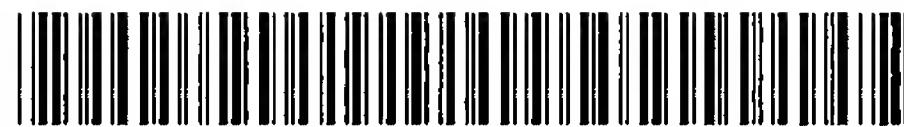
[Report a data error here](#)

Abstract not available for DE19928405

Abstract of corresponding document: **EP1063338**

Dyeing system using a supercritical fluid divides the required dyestuff volume into portions to be fed separately into the supercritical fluid flow until it is all dissolved or dispersed. To dye textile substrate materials in a supercritical fluid, preferably dyeing yarn bobbins in supercritical carbon dioxide, the required volume of dyestuff is divided into a number of part volumes. Each part volume is brought into contact with the supercritical fluid for a sufficient time span until it is fully dissolved or dispersed within it. The process is repeated for further dyestuff part volumes until all the required dyestuff has been taken up by the supercritical fluid. The required dyestuff volume is divided into 5-200 portions, and especially 20-90 lots. Each dyestuff part volume is introduced into the flow of supercritical fluid, which is recirculated in time units until all the required dyestuff has been taken up by it. The dyestuff is brought into contact with the flow of supercritical fluid directly downstream of the recirculating pump. The dyestuff portions are brought to the required temperature and pressure conditions, to be mixed with the supercritical fluid. An independent claim is included for a dyestuff mixing station (A) with a dyestuff feed (1) between one point where a dyestuff take-off section (2) swings and is free and a second point where it is in contact with the supercritical fluid, and vice versa.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



(19) BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

(12) Offenlegungsschrift
(10) DE 199 28 405 A 1

(51) Int. Cl. 7:
D 06 B 5/16
D 06 B 21/02

DE 199 28 405 A 1

(21) Aktenzeichen: 199 28 405.9
(22) Anmeldetag: 22. 6. 1999
(43) Offenlegungstag: 28. 12. 2000

(71) Anmelder:

Amann & Söhne GmbH & Co., 74357 Bönnigheim,
DE

(74) Vertreter:

Patentanwälte Dr. Ulrich Beines, Philipp Lau-Loskill,
41189 Mönchengladbach

(72) Erfinder:

Eggers, Rudolf, Prof. Dr., 21614 Buxtehude, DE;
Truckenmüller, Kurt, 74076 Heilbronn, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Verfahren zum Färben eines textilen Substrates in mindestens einem überkritischen Fluid sowie Färbevorrichtung

(57) Es werden ein Verfahren sowie eine Vorrichtung zum Färben eines textilen Substrates in mindestens einem überkritischen Fluid, vorzugsweise zum Färben von Garnspulen in überkritischem Kohlendioxid, beschrieben, bei dem man das textile Substrat in einem Autoklaven anordnet und dort mit dem mindestens einen Farbstoff aufweisenden überkritischen Fluid an- bzw. durchströmt, wobei man den mindestens einen pulverförmigen Farbstoff mit dem überkritischen Fluid unter Ausbildung einer stabilen Lösung und/oder Dispersion des Farbstoffes in dem überkritischen Fluid in Kontakt bringt. Die für die Färbung erforderliche Farbstoffmenge teilt man auf eine Vielzahl von Farbstoffteilmengen auf und bringt jede Farbstoffteilmenge für sich so lange mit dem überkritischen Fluid in Kontakt, bis diese Farbstoffteilmenge gelöst bzw. dispergiert ist. Hiernach bringt man erst die nächste Farbstoffteilmenge in das überkritische Fluid ein und man wiederholt diesen Vorgang so oft, bis man die gesamte Farbstoffmenge in das überkritische Fluid eingebracht hat.

DE 199 28 405 A 1

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum Färben eines textilen Substrates in mindestens einem überkritischen Fluid, vorzugsweise zum Färben von Garnspulen im überkritischen Kohlendioxid, mit den Merkmalen des Oberbegriffs des Patentanspruchs 1 sowie eine Färbevorrichtung mit den Merkmalen des Oberbegriffs des Patentanspruchs 6.

Bereits seit mehreren Jahren wird ein Verfahren zum Färben von textilen Substraten in überkritischen Fluiden propagiert, wobei die Grundlagen des Färbens im überkritischen Fluid in der DE 39 06 724 A beschrieben sind.

Mit der DE 196 31 604 A wird ein Vorschlag für die Einbringung des zum Färben in überkritischen Fluiden erforderlichen Farbstoffes unterbreitet, wobei die diesbezügliche Einbringung des zu lösenden bzw. zu dispergierenden Farbstoffes in das entsprechende überkritische Fluid dadurch erfolgt, daß das mit dem Farbstoff zu beladene überkritische Fluid ein in einem Bypass angeordnetes und mit der Gesamtmenge des Farbstoffes gefülltes spezielles Farbansatzgefäß durchströmt.

Die in der DE 196 31 604 beschriebene Lösung zur Einbringung des Farbstoffes in das überkritische Fluid arbeitet im allgemeinen einwandfrei. Bei bestimmten Farbstoffen jedoch, die beispielsweise aufgrund ihres niedrigen Schmelzpunktes zum Zusammensintern dann neigen, wenn größere Farbstoffmengen im Farbansatzgefäß angeordnet werden, bereitet das bekannte Verfahren dagegen einen zusätzlichen Aufwand, daß man der diesbezüglichen Farbstoffschüttung Inertpartikel zusetzen muß oder ein spezielles Farbstoffgranulat zu verwenden hat.

Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der angegebenen Art sowie eine entsprechende Vorrichtung zur Verfügung zu stellen, das bzw. die selbst bei solchen Farbstoffen, die zum Zusammenbacken oder Zusammensintern neigen, ein schnelles und besonders einfaches Einbringen des jeweiligen Farbstoffes in das überkritische Fluid ermöglicht.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch ein Verfahren mit den kennzeichnenden Merkmalen des Patentanspruchs 1 sowie durch eine Vorrichtung mit den kennzeichnenden Merkmalen des Patentanspruchs 6 gelöst.

Das erfindungsgemäße Verfahren zum Färben eines textilen Substrates in mindestens einem überkritischen Fluid, vorzugsweise zum Färben von Garnspulen in überkritischem Kohlendioxid, sieht, wie das bekannte Verfahren, vor, daß man das jeweilige textile Substrat in einem Autoklaven anordnet und dort mit dem mindestens einen Farbstoff aufweisenden überkritischen Fluid an- bzw. durchströmt. Zuvor wird der mindestens eine feste, vorzugsweise pulverförmige, Farbstoff mit dem überkritischen Fluid unter Ausbildung einer stabilen Lösung und/oder Dispersion des Farbstoffes in dem überkritischen Fluid in Kontakt gebracht. Abweichend vom eingangs aufgezeigten Stand der Technik teilt man jedoch bei dem erfindungsgemäßen Verfahren die für die Färbung erforderliche Farbstoffmenge auf eine Vielzahl von Farbstoffteilmengen auf und bringt hierbei jede Farbstoffteilmenge für sich allein so lange mit dem überkritischen Fluid in Kontakt, bis diese Farbstoffteilmenge gelöst bzw. dispergiert ist. Sobald dies der Fall ist, bringt man bei dem erfindungsgemäßen Verfahren hiernach erst die nächste Farbstoffteilmenge in das überkritische Fluid ein, wobei man diesen zuvor beschriebenen Vorgang so oft wiederholt, bis man die erforderliche und zuvor berechnete Gesamtfarbstoffmenge in dem überkritischen Fluid gelöst bzw. dispergiert hat, so daß dieser gelöste bzw. feindispergierte Farbstoff dann auf das jeweils zu färbende Textilgut aufziehen

kann.

Obwohl zunächst auf den ersten Blick gesehen das erfindungsgemäße Verfahren im Vergleich zum Stand der Technik aufwendiger erscheint, da bei dem erfindungsgemäßen

- 5 Verfahren die jeweils zu lösende bzw. zu dispergierende Farbstoffmenge auf eine Vielzahl von Farbstoffteilmengen aufgeteilt und separat hintereinander in das überkritische Fluid eingebracht wird, hat sich überraschend gezeigt, daß das erfindungsgemäße Verfahren insbesondere bei kritischen, zum Zusammenklumpen bzw. zum Zusammensintern neigenden Farbstoffen, im Vergleich zum bisher praktizierten Färbeverfahren keinen erhöhten Zeitaufwand erfordert. Dies wird darauf zurückgeführt, daß bei dem erfindungsgemäßen Verfahren relativ kleinen Farbstoffteilmengen eine relativ große Menge an überkritischem Fluid angeboten wird, so daß dementsprechend der Löse- bzw. Dispergiervorgang des Farbstoffes in dem überkritischen Fluid beschleunigt abläuft, ohne daß dabei ein Zusammenklumpen bzw. Zusammensintern der diesbezüglichen Farbstoffteilmengen beobachtet werden konnte. Von daher vermag das erfindungsgemäße Verfahren auch auf den Zusatz von Inertpartikeln oder auf die Erstellung einer bestimmten Farbstoffgranulatgröße zu verzichten, wie dies bei kritischen Farbstoffen bei dem bekannten Verfahren der Fall ist.

Weiterhin ist als Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens festzuhalten, daß abhängig vom jeweiligen Farbausfall, d. h. vom Farbton und/oder der Farbtiefe, die Zusammensetzung der Farbstoffteilmengen variiert werden kann, so daß durch Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens ein Nuancieren der Färbung jederzeit möglich wird, was beim Stand der Technik ebenfalls nicht gegeben ist. Bedingt dadurch, daß bei dem erfindungsgemäßen Verfahren vorzugsweise der Eintrag der Farbstoffteilmengen in den Hauptstrom des umgepumpten überkritischen Fluids erfolgt, wird der

- 15 Löse- bzw. Dispergiervorgang der jeweils eingebrachten Farbstoffteilmengen erheblich weiter beschleunigt, was insbesondere beim Stand der Technik dann nicht der Fall ist, wenn das Farbansatzgefäß in einem Bypass zum Hauptstrom angeordnet wird. Auch ruft die beim erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzte Farbstoffteilmengen im Vergleich zur herkömmlich verwendeten Farbstoffgesamtmenge keinen nennenswerten Gegendruck hervor, so daß bei dem erfindungsgemäßen Verfahren diese Farbstoffteilmengen wesentlich besser durchströmt werden kann, was wiederum eine erhebliche Beschleunigung des Löse- bzw. Dispergierverhaltens des jeweils verwendeten Farbstoffes in dem überkritischen Fluid bewirkt.

Klarstellend ist anzumerken, daß der in der vorliegenden Anmeldung verwendete Begriff Farbstoff sowohl einen einzelnen Farbstoff als auch ein Farbstoffgemisch, bestehend aus insbesondere zwei bis zwölf Farbstoffen, umfaßt. Des Weiteren deckt der Begriff überkritisches Fluid insbesondere die Fluide ab, die in der DE 39 06 724 A beschrieben sind, wobei jedoch bei dem erfindungsgemäßen Verfahren überkritisches Kohlendioxid bevorzugt verwendet wird. Vorzugsweise betrifft das erfindungsgemäße Verfahren auch ein solches Verfahren, bei dem Garnspulen, insbesondere Nähgarnspulen, in überkritischem Kohlendioxid mit Dispersionsfarbstoff gefärbt werden, wobei die hierfür verwendeten

- 20 Dispersionsfarbstoffe insbesondere handelsübliche Dispersionsfarbstoffe sind, wie diese im Handel weit verbreitet und für die wäßrige Färbung von Polyester-Garnspulen angeboten werden. Das bei dem erfindungsgemäßen Verfahren vorzugsweise eingesetzte Garnmaterial umfaßt oder besteht insbesondere aus Polyester, wobei hierunter neben den modifizierten Polyesterarten auch vorzugsweise Polyethylenterephthalat-Garnmaterialien fallen.

Eine erste Ausführungsform des erfindungsgemäßen Ver-

fahrens sieht vor, daß man hierbei die für die Färbung erforderliche Farbstoffmenge auf 5 bis 200, insbesondere auf 20 bis 90, Farbstoffteilmengen aufteilt, wobei sich überraschend gezeigt hat, daß eine derartige Aufteilung auf die zuvor genannten Farbstoffteilmengen bei einer Vielzahl von Farbstoffen bzw. Farbstoffgemischen und über einen breiten Farbton- und Farbtiefenbereich zu hervorragenden Ergebnissen führt, insbesondere dahingehend, daß die erforderliche Farbstoffgesamtmenge innerhalb von kürzester Zeit in dem überkritischen Fluid gelöst bzw. dispergiert wird, ohne daß Ausklumpungen bzw. Verschmelzungen auftreten, und daß besonders egale und echte Färbungen resultieren.

Insbesondere dann, wenn man bei dem erfindungsgemäßen Verfahren jede Farbstoffteilmenge derart in den Strom des überkritischen Fluids einbringt, daß das pro Zeiteinheit umgewälzte überkritische Fluid insgesamt mit der Farbstoffteilmenge mindestens einmal in Kontakt gebracht wird, bewirkt eine derartige Verfahrensvariante, daß der gesamte Farbstoff besonders schnell gelöst wird und daß zum Färben des textilen Substrates eine überkritische Färbeflotte verwendet wird, die stets die gleiche Konzentration an gelöstem bzw. dispergiertem Farbstoff aufweist, so daß demgemäß eine derartige überkritische Färbeflotte stets ein Maximum an gelöstem bzw. dispergiertem Farbstoff beinhaltet.

Besonders vorteilhaft unter dem Gesichtspunkt der Reproduzierbarkeit der Färbung und der Geschwindigkeit des Lösens bzw. des Dispergierens des Farbstoffes in dem überkritischen Fluid ist es, wenn man unmittelbar stromab der Förderpumpe für das überkritische Fluid die Farbstoffteilmengen mit dem überkritischen Fluid in Kontakt bringt. Hierbei erfolgt somit stromab der Förderpumpe und stromauf des Autoklavens die Einspeisung der Farbstoffteilmengen in das überkritische Fluid, wobei diese Einspeisung vorzugsweise dann in der Hauptströmungsleitung vorgenommen wird.

Bezüglich der Temperatur- und Druckbedingungen, bei denen man bei dem erfindungsgemäßen Verfahren die Vielzahl der Farbstoffteilmengen in das überkritische Fluid einbringt, ist anzumerken, daß es sich hierbei insbesondere bewährt hat, wenn die Vielzahl der Farbstoffteilmengen bei den für die jeweilige Färbung ausgewählten Temperatur- und Druckbedingungen in das überkritische Fluid eingebracht wird. Durch eine derartige Verfahrensvariante des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die Reproduzierbarkeit einer jeden Färbung bezüglich des resultierenden Farbausfalls (Farbton und Farbtiefe) und der erzielten Echtheiten weiter optimiert, so daß bei einer derartigen Verfahrensweise Fehlfärbungen oder abweichende Färbungen ausgeschlossen sind.

Die vorliegende Erfindung betrifft desweiteren eine Vorrichtung zum Eintragen eines Farbstoffes in ein zum Färben eines textilen Substrates verwendetes überkritisches Fluid mit den Merkmalen des Patentanspruchs 6.

Der erfindungsgemäßen Vorrichtung, mit dem das Eintragen eines Farbstoffes in Teilmengen in ein zum Färben eines textilen Substrates verwendetes überkritisches Fluid ermöglicht wird, ist ein mit einem Fluidzirkulationssystem versehener Autoklave zugeordnet, wobei das Flottenzirkulationssystem eine Förderpumpe umfaßt. Hierbei weist die erfindungsgemäße Vorrichtung eine Farbstoffeintragvorrichtung auf, die zwischen einer ersten Stellung, in der mindestens ein Farbstoffaufnahmearnschnitt der Farbstoffeintragvorrichtung frei zugänglich ist, und einer zweiten Stellung, in der sich der mindestens eine Farbstoffaufnahmearnschnitt in Kontakt mit dem überkritischen Fluid befindet, und umgekehrt hierzu, bewegbar ist. Mit anderen Wort stellt die an der erfindungsgemäßen Vorrichtung vorhandene Farbstoffeintragvorrichtung sicher, daß durch eine Bewegung der

Farbstoffeintragvorrichtung aus einer ersten Stellung, in der der mindestens eine Farbstoffaufnahmearnschnitt mit der Farbstoffteilmenge frei zugänglich beschickbar ist, in die zweite Stellung, in der der mit der Farbstoffteilmenge be-

schickte Farbstoffaufnahmearnschnitt in Kontakt mit dem überkritischen Fluid gebracht wird, die entsprechende Farbstoffteilmenge in das überkritische Fluid eingespeist wird, ohne daß es hierfür erforderlich wird, die Temperatur und/oder den Druck des überkritischen Fluids zu ändern.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung weist eine Reihe von Vorteilen auf. So ist zunächst festzuhalten, daß mit Hilfe der erfindungsgemäßen Vorrichtung jederzeit und in jeder beliebigen Menge Farbstoff in das System eingetragen werden kann, ohne daß es hierfür erforderlich ist, die Temperatur und/oder den Druck des überkritischen Fluids zu verändern.

Des Weiteren erlaubt die erfindungsgemäße Vorrichtung die zuvor beschriebene Farbstoffdosierung, ohne daß dabei eine Volumenvergrößerung des Systems auftritt, was beim Stand der Technik dann nicht gegeben ist, wenn ein entsprechendes Farbansatzgefäß in einem Bypass angeordnet ist. Hier kommt es zwangsläufig bei dem bekannten System bei einer Umleitung des überkritischen Fluids über den Bypass und über das Farbansatzgefäß zu einer entsprechenden Volumenvergrößerung, die eine unerwünschte Änderung der Temperatur- und/oder Druckbedingungen im System beinhaltet, es sei denn, daß zuvor im Bypass und im Farbansatzgefäß ein entsprechendes überkritisches Fluid angeordnet wird, dessen Temperatur und Druck der Temperatur und dem Druck im Hauptkreislauf entspricht, was entsprechend aufwendig und nur mit einem erhöhten Regelaufwand möglich ist. Somit erlaubt die erfindungsgemäße Vorrichtung in besonders einfacher Weise eine schnelle Dosierung des Farbstoffes, ohne daß dadurch entsprechende Schwankungen im Druck und/oder der Temperatur des überkritischen

Fluids auftreten, so daß die erfindungsgemäße Vorrichtung auch wesentlich zur Reproduzierbarkeit von Färbungen beiträgt. Ferner ist als weiterer Vorteil herauszustellen, daß die erfindungsgemäße Vorrichtung eine einfache und individuelle Anpassung der jeweils eingesetzten Farbstoffmenge ermöglicht, so daß abhängig von einem ermittelten Farbausfall die Färbung abgebrochen, weiterer Farbstoff nachgesetzt oder mittels Zugabe von anderen Farbstoffen die bis dato erstellte Färbung nuanciert werden kann, ohne daß es hierfür erforderlich wird, ein Farbansatzgefäß und die dazu gehörigen Bypassleitungen abzusperren, zu belüften und erneut mit Druck zu beaufschlagen, wie dies beim Stand der Technik stets der Fall ist. Von daher trägt die erfindungsgemäße Vorrichtung wesentlich mit dazu bei, die Gesamtfärbzeiten entsprechend zu verkürzen, die Reproduzierbarkeit der Färbung zu verbessern und Fehlfärbungen zu vermeiden, wobei die Anwendung der erfindungsgemäßen Vorrichtung entscheidend auch die Wirtschaftlichkeit des Färbeprozesses mit prägt.

Bei einer ersten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist die Farbstoffeintragvorrichtung als quer zur Strömungsrichtung des überkritischen Fluids verschiebbare Stange ausgebildet, wobei die Stange mindestens einen, als ringförmige Nut und/oder als Durchtrittsbohrung ausgestalteten Farbstoffaufnahmearnschnitt aufweist. Hierbei erlaubt eine derartige stangenförmige Farbstoffeintragvorrichtung die Dosierung der von der ringförmigen Nut und/oder von der Durchtrittsbohrung aufgenommenen Farbstoffteilmenge in das überkritische Fluid, wobei es hierzu lediglich erforderlich ist, durch eine axiale Verschiebung der Stange diese aus der ersten Stellung, in der die diesbezügliche Farbstoffteilmenge in der Nut und/oder der Durchtrittsbohrung angeordnet wird, in die zweite Stellung zu überführen, wobei in dieser zweiten Stellung die Farbstoffteilmenge

55

60

65

aus der Nut bzw. aus der Durchtrittsöffnung dann durch das hierzu quer strömende überkritische Fluid gelöst bzw. dispergiert wird. Vorzugsweise weist eine derartige stangenförmige Farbstoffeintragvorrichtung dann zwei, mit axialem Abstand voneinander angeordnete Nuten bzw. Durchtrittsöffnungen auf, wobei der axiale Abstand dieser beiden Nuten bzw. Durchtrittsbohrungen so gewählt wird, daß eine Nut bzw. eine Durchtrittsbohrung von außen frei zugänglich und somit mit der Farbstoffteilmengen beschickbar ist (erste Stellung), während die jeweils andere Nut bzw. Durchtrittsbohrung zu diesem Zeitpunkt im überkritischen Fluid positioniert ist (zweite Stellung). Details zu dieser bevorzugten Ausgestaltung werden nachfolgend noch bei den konkreten Ausführungsbeispielen näher erläutert.

In Weiterbildung der zuvor beschriebenen Ausführungsform der erfundungsgemäßen Vorrichtung weist diese ein Gehäuse, vorzugsweise ein zylindrisches Gehäuse, auf, wobei das zylindrische Gehäuse mit einem Verbindungsreich zur Zuführung des überkritischen Fluids und mit einem Abführungsreich zur Abführung des mit Farbstoff beladenen überkritischen Fluids versehen ist. Innerhalb des Gehäuses ist die zuvor beschriebene stangenförmige Farbstoffeintragvorrichtung vorgesehen, die vorzugsweise quer zur Strömungsrichtung des überkritischen Fluids im Gehäuse als axial verschiebbare Stange mit darin angeordneten Nuten und/oder Durchtrittsbohrungen ausgestaltet ist.

Bei einer anderen Weiterbildung der zuvor beschriebenen Ausführungsform der erfundungsgemäßen Vorrichtung weist das Gehäuse gegenüberliegende Verschlüsse auf, wobei insbesondere die gegenüberliegenden Verschlüsse Lager- und Dichtelemente zur flüssigen axialen verschiebbaren Lagerung der als Stange ausgestalteten Farbstoffeintragvorrichtungen besitzen.

Um bei der erfundungsgemäßen Vorrichtung sicherzustellen, daß die über die Farbstoffeintragvorrichtung eingetragene Farbstoffteilmengen gelöst oder zumindestens fein dispergiert wird, sind der mindestens einen Durchtrittsbohrung kopf- und/oder fußseitig entfernbare Siebplatten zugeordnet. Hierdurch wird verhindert, daß aus der Durchtrittsbohrung mittels des überkritischen Fluids grob disperse Farbstoffteilchen ausgeschwämmt werden, die sich in unerwünschter Weise auf dem zu färbenden textilen Substrat niederschlagen und dort entsprechende Fehler verursachen. Alternativ oder zusätzlich hierzu kann dem Abführbereich zur Abführung des mit Farbstoff beladenen überkritischen Fluids eine entsprechende Siebplatte derart zugeordnet sein, daß das mit Farbstoff beladene Fluid vor Verlassen des Gehäuses diese Siebplatte durchströmen muß, so daß hierdurch ebenfalls entsprechende grob disperse Farbstoffpartikel in dem mit Farbstoff beladenen überkritischen Fluid vermieden werden.

Insbesondere ist bei den zuvor beschriebenen Ausführungsformen die Siebplatte als Sintermetallplatte ausgestaltet, deren Poren eine Porengröße kleiner oder gleich 30 µm, vorzugsweise kleiner oder gleich 15 µm, besitzen, so daß diese Siebplatte wirksam die Ausbildung von grob dispersen Farbstoffpartikeln in dem überkritischen Fluid vermeiden.

Bei einer anders konstruierten Ausgestaltung der erfundungsgemäßen Vorrichtung ist die Farbstoffeintragvorrichtung als drehbare Scheibe ausgebildet, wobei diese Scheibe an ihrem äußeren Rand mindestens einen Farbstoffaufnahmearnschnitt, vorzugsweise an ihrem äußeren Rand über ihren radialen Umfang gleichmäßig verteilt mindestens zwei Farbstoffaufnahmearnschnitte, aufweist. Bei der zuletzt genannten Ausgestaltung, die mindestens zwei Farbstoffaufnahmearnschnitte besitzt, sind diese derart angeordnet, daß sich stets mindestens ein Farbstoffaufnahmearnschnitt in der ersten Stellung und der mindestens eine andere Farbstoff-

aufnahmearnschnitt in der zweiten Stellung befindet, so daß durch eine Drehung der Scheibe der mindestens eine Farbstoffaufnahmearnschnitt aus der ersten in die zweite Stellung und der mindestens eine andere Farbstoffaufnahmearnschnitt 5 gleichzeitig aus der zweiten in die erste Stellung bringbar sind. In der ersten Stellung kann dann der Farbstoffaufnahmearnschnitt mit der jeweils einzutragenden Farbstoffteilmenge beladen werden, während in der zweiten Stellung, die durch Drehung der Scheibe herbeigeführt wird, sich der diesbezügliche Farbstoffaufnahmearnschnitt in Kontakt mit dem überkritischen Fluid befindet, so daß somit die Farbstoffteilmenge hierdurch gelöst bzw. fein dispergiert werden kann.

Vorzugsweise ist bei dieser, zuvor beschriebenen Ausgestaltung der erfundungsgemäßen Vorrichtung die drehbare Scheibe quer zur Hauptströmungsrichtung des überkritischen Fluids ausgerichtet, so daß das Lösen bzw. feine Dispergieren der Farbstoffteilmenge entsprechend erleichtert wird.

Eine spezielle, besonders geeignete und ein schnelles Dosieren des Farbstoffes ermöglichte Ausführungsform der zuvor beschriebenen Ausgestaltung der erfundungsgemäßen Vorrichtung sieht eine Scheibe vor, die vier bis acht, über ihren Umfang im Bereich ihres äußeren Randes gleichmäßig 20 verteilte Farbstoffaufnahmearnschnitte aufweist, so daß sich bei dieser Ausgestaltung stets zwei bis vier Farbstoffaufnahmearnschnitte in der ersten Stellung sich dementsprechend auch zwei bis vier Farbstoffaufnahmearnschnitte in der zweiten Stellung befinden.

Besonders geeignet ist es bei der zuvor beschriebenen Ausführungsform, wenn die Farbstoffaufnahmearnschnitte als Durchtrittsbohrungen ausgestaltet sind, die sich vorzugsweise in Hauptströmungsrichtung des überkritischen Fluids erstrecken. Somit vermag das überkritische Fluid in der zweiten Stellung diese Durchtrittsbohrungen zu durchströmen und die hierin angeordnete Farbstoffteilmenge schnell zu lösen bzw. fein zu dispergieren, wodurch der Farbstoffeintrag bei dieser Ausgestaltung der erfundungsgemäßen Vorrichtung entsprechend beschleunigt wird.

Wie bereits zuvor beschrieben, sieht eine vorteilhafte Weiterbildung der zuvor beschriebenen Ausführungsform der erfundungsgemäßen Vorrichtung vor, daß hierbei die Durchtrittsbohrungen kopf- und/oder bordseitig mit einer Sintermetallplatte verschließbar sind, deren Poren eine Porengröße kleiner oder gleich 30 µm, vorzugsweise kleiner oder gleich 15 µm, besitzen. Hierdurch wird verhindert, daß grob disperse Teile in den Fluidstrom gelangen, die, wie bereits zuvor erwähnt, Fehlfärbungen verursachen, wobei zusätzlich zu der Anordnung der Sintermetallplatten an den Durchtrittsbohrungen oder anstelle der Anordnung der Sintermetallplatten an den Durchtrittsbohrungen auch dem Abführbereich zur Abführung des mit Farbstoff beladenen überkritischen Fluids eine entsprechende Sintermetallplatte zugeordnet werden kann, durch die das mit Farbstoff beladene überkritische Fluid dann abgeführt und dem Färbeautoklaven zugeführt wird.

Um die Handhabung der erfundungsgemäßen Vorrichtung zu vereinfachen, sieht eine besonders vorteilhafte Ausgestaltung der erfundungsgemäßen Vorrichtung vor, daß hierbei der Farbstoffeintragvorrichtung eine Farbstoffbeschickungseinrichtung zugeordnet ist, wobei diese Farbstoffbeschickungseinrichtung eine vorgegebene Farbstoffteilmenge einem jedem Farbstoffaufnahmearnschnitt zuführt.

Vorteilhafte Weiterbildungen des erfundungsgemäßen Verfahrens sowie der erfundungsgemäßen Vorrichtung sind in den Unteransprüchen angegeben.

Die erfundungsgemäße Vorrichtung wird nachfolgend anhand eines Ausführungsbeispiels in Verbindung mit der

Zeichnung näher erläutert.

Es zeigen:

Fig. 1 ein schematisches Fließbild einer entsprechenden Anlage zum Färben von textilen Substraten in überkritischen Fluiden und

Fig. 2 eine schematische Schnittansicht durch eine Ausführungsform der Vorrichtung.

In **Fig. 1** ist schematisch eine Färbeanlage abgebildet, wobei die Färbeanlage einen Färbeautoklaven **1** aufweist, in dem beispielsweise eine Säule, bestehend aus vier Kreuzspulen eines Nähgarnes, zum Färben angeordnet wird.

Der Färbeautoklave **1** ist mit einem ersten Zirkulationssystem versehen, wobei das erste Zirkulationssystem ein entsprechendes Rohrleitungssystem **2** umfaßt. Innerhalb des Rohrleitungssystems **2** des ersten Zirkulationssystems ist eine Zirkulationspumpe **3** angeordnet, wobei des Weiteren dem ersten Zirkulationssystem ein nicht gezeigter Wärmetauscher sowie eine Einspeisung für das überkritische Fluid zugeordnet ist. Stromab der Zirkulationspumpe **3** ist in dem Rohrleitungssystem **2** eine Vorrichtung A zum Eintragen eines Farbstoffes in Teilmengen vorgesehen, wobei diese Vorrichtung in **Fig. 2** im Detail dargestellt ist.

Zusätzlich zu dem ersten Zirkulationssystem ist bei der in **Fig. 1** schematisch gezeigten Anlage ein zweites Zirkulationssystem, das insgesamt mit **11** bezeichnet ist, vorhanden. Hierbei umfaßt dieses zweite Zirkulationssystem **11**, das auch als Adsorptionskreislauf zu bezeichnen ist, drei Ventile **9**, **10** und **13** sowie einen Autoklaven **12**, wobei der Autoklaven **12** mit einem entsprechend geeigneten Sorbens, so zum Beispiel einem Kieselgel, Typ Trysil, gefüllt ist. Dieses Kieselgel weist eine Partikelgröße vorzugsweise zwischen 2 mm und 8 mm, eine Dichte insbesondere von 2.200 kg/m³, eine Schüttdichte von 550 kg/m³, eine Porosität von 0,55, eine innere Oberfläche von etwa 450 m²/g, ein Porenvolumen von 0,4 cm³/g, einen mittleren Poredurchmesser zwischen 4 nm und 10 nm und einen Tortuositätsfaktor von 5,0 auf.

Die zuvor gezeigte Anlage arbeitet wie folgt:

Zunächst wird die Säule der beispielsweise vier Nähgarn-X-Spulen aus Polyethylenterephthalat innerhalb des Autoklaven **1** angeordnet. Nach Schließen des Autoklaven **1** werden das entsprechende Rohrleitungssystem **2** des ersten Zirkulationssystems sowie der Autoklave **1** selbst über die nicht gezeigte Einspeisung und eine nicht gezeigte Druckerhöhungspumpe mit überkritischem Fluid, insbesondere Kohlendioxid, gefüllt. Hiernach wird die Zirkulationspumpe **3** in Betrieb genommen, was dazu führt, daß das überkritische Fluid durch das Rohrleitungssystem **2** und den Autoklaven **1** in Pfeilrichtung strömt. Zu diesem Zeitpunkt sind die Ventile **9** und **10** geschlossen und das Ventil **13** ist geöffnet.

Nach Erreichen der vorgegebenen Färbetemperatur und des vorgegebenen Färbedruckes erfolgt über die Vorrichtung A, die nachfolgend noch im Detail in Verbindung mit der **Fig. 2** beschrieben ist, die Einspeisung des für die Färbung erforderlichen Farbstoffes in einzelnen Teilmengen.

Nach Ablauf einer vorgegebenen Färbezeit, beispielsweise 25 bis 35 Minuten, werden ohne Veränderung des Druckes und der Temperatur die in der **Fig. 1** gezeigten Ventile **9** und **10** geöffnet, und das Ventil **13** wird geschlossen. Dies hat zur Folge, daß nunmehr das zweite Zirkulationssystem **11** und der darin angeordnete Autoklave **12** in Pfeilrichtung durchströmt wird.

Nach einer Verweilzeit von fünf Minuten wird die gesamte Anlage über das geöffnete Ventil **8** entspannt, so daß die gefärbten Garnspulen entnommen werden können.

Um unerwünschte Druck- und/oder Temperaturschwankungen beim Verbinden des ersten Zirkulationssystems mit

dem zweiten Zirkulationssystem am Ende der eigentlichen Färbung zu verhindern, war das zweite Zirkulationssystem zuvor mit überkritischem Fluid bei einem Druck und einer Temperatur gefüllt worden, die der Temperatur und dem Druck des überkritischen Fluids während des Färbens entsprach.

Die in **Fig. 2** im Detail schematisch abgebildete Vorrichtung A zum Eintragen eines Farbstoffes in Teilmengen weist eine lateral verschiebbare, als Stange **1** ausgebildete Farbstoffeintragvorrichtung auf, wobei die Stange **1** zwei Farbstoffaufnahmeabschnitte **2** besitzt. Hierbei sind diese Farbstoffaufnahmeabschnitte **2** als Durchtrittsbohrungen ausgebildet, wobei sowohl kopfseitig als auch fußseitig eine Sintermetallplatte (nicht gezeigt) an jeder Durchtrittsbohrung **2** vorgesehen sein kann.

Die Stange **1** ist zentral innerhalb eines Gehäuses **3** vorgenommen, wobei das Gehäuse **3** einen Verbindungsbereich **10** zur Zuführung von überkritischen Fluiden und einen Abführungsbereich **11** zur Abführung des mit Farbstoff beladenen überkritischen Fluids aufweist. Die Strömungsrichtung des überkritischen Fluids im Gehäuse **3** ist durch entsprechende Pfeile gekennzeichnet. An beiden Seiten ist das Gehäuse **3** mit einem Deckel **5**, der als abgedichteter Flanschdeckel ausgebildet ist, verschlossen, wobei zur Abdichtung des Deckels **5** zum Gehäuse **3** hin insbesondere ein an sich bekannter Doppelkonusring **12** vorgesehen ist.

Jedem Deckel **5** sind entsprechende Lager- und Dichtelemente zugeordnet, wobei diese Lager- und Dichtelemente jeweils eine in den Flanschdeckel eingeschraubte Hülse **6** umfaßt, in deren konischen Bereich eine umlaufende Dichtung **7** aufgenommen ist. Die innere Abdichtung gegen die axial gleitende Stange **1** erfolgt über eine mit einem Dichtungsdeckel **8** festgelegte selbstdichtende Packung oder alternativ hierzu über eine Federringdichtung **9**, wie sie im übrigen auch auf dem jeweiligen Gebiet der Technik gebräuchlich sind.

Der Hülse **6** ist des Weiteren jeweils eine Druckentlastungsbohrung **13** zugeordnet, die zur Atmosphäre hin weist, so daß das nach Entleerung der Durchtrittsbohrung **2** das hierin aufgenommene überkritische Fluid bei einer axialen Verschiebung der Stange **1** über diese Entlastungsbohrung **13** zur Atmosphäre hin entweichen kann.

Der Hülse **6** ist des Weiteren jeweils eine Farbstoffbeschickungseinrichtung **4** zugeordnet, wobei diese Farbstoffbeschickungseinrichtung **4** bei der gezeigten Ausführungsform aus einem Trichter besteht.

Die vorstehend in Verbindung mit der **Fig. 2** beschriebene Vorrichtung A arbeitet wie folgt:

Die lateral in Pfeilrichtung **14** und umgekehrt hierzu verschiebbare Stange **1** mit den zwei darin angeordneten Durchtrittsbohrungen **2** kann eine solche Position annehmen, wie sie in **Fig. 2** abgebildet ist. Hierbei befindet sich die rechte Durchtrittsbohrung **2** in einer ersten Stellung, in der die rechte Durchtrittsbohrung **2** mit einer pulverförmigen Farbstoffteilmenge über den Trichter **4** befüllbar ist, während sich die linke Durchtrittsbohrung **2** in ihrer zweiten Stellung befindet, in der die hierin angeordnete Farbstoffteilmenge von dem an-, durch- bzw. vorbeiströmenden überkritischen Fluid gelöst bzw. fein dispergiert wird. Nachdem

die in der linken Durchtrittsbohrung **2** befindliche Farbstoffteilmenge gelöst bzw. dispergiert wurde, wird die Stange **1** so weit nach links verschoben, bis die linke Durchtrittsbohrung **2** mit dem Trichter **4** fluchtet. Zu diesem Zeitpunkt ist die rechte Durchtrittsbohrung **2** in einer Position angelangt, in der sie sich in Kontakt mit dem überkritischen Fluid befindet, so daß auch die hierin angeordnete Farbstoffteilmenge gelöst bzw. fein dispergiert wird, während die linke Durchtrittsbohrung **2** erneut mit einer weiteren Farbstoffteil-

menge gefüllt wird. Durch eine axiale Verschiebung nach rechts gelangen dann beide Durchtrittsbohrungen wieder in eine Position, wie diese in der Fig. 2 abgebildet ist. Während der axialen Verschiebung der Stange 1 gelangen die Durchtrittsbohrungen 2 in Ausrichtung zu den entsprechenden Entlastungsbohrungen 13, was dazu führt, daß der in den zwischenzeitlich von Farbstoff entleerten Durchtrittshöhlungen gespeicherte Fluidanteil unproblematisch entweichen kann.

Durch ein vielfaches axiales Verschieben der Stange 1 in der vorstehend beschriebenen Weise lassen sich somit schnell innerhalb von kürzester Zeit die erforderliche Farbstoffmenge, aufgeteilt auf eine Vielzahl von Farbstoffteilchen, in den Hauptstrom des überkritischen Fluids eintragen, wobei zur axialen Verschiebung der Stange 1 ein entsprechender Hydraulikzylinder 15 verwendet wird, wie dieser in Fig. 1 schematisch abgebildet ist.

Um bei der in Fig. 2 gezeigten speziellen Ausführungsform der Vorrichtung A ein Austragen von grob dispersen Farbstoffpartikeln aus dem Gehäuse 3 zu verhindern, sind dem Verbindungsbereich 10 und dem Abführbereich 11 entsprechende Sintermetalle zugeordnet, wie diese zuvor beschrieben sind.

Falls es erwünscht oder erforderlich ist, können innerhalb des Gehäuses 3 Fluidleitelemente vorgesehen sein, durch die die Strömung des überkritischen Fluids im Gehäuse 3 entsprechend verändert wird, um so das Herauslösen bzw. Feindispersieren der Farbstoffteilmenge aus der Durchtrittsbohrung zu beschleunigen.

5

10

15

30

Patentansprüche

1. Verfahren zum Färben eines textilen Substrates in mindestens einem überkritischen Fluid, vorzugsweise zum Färben von Garnspulen in überkritischem Kohlendioxid, bei dem man das textile Substrat in einem Autoklaven anordnet und dort mit dem mindestens einen Farbstoff aufweisenden überkritischen Fluid an- bzw. durchströmt, wobei man den mindestens einen pulverförmigen Farbstoff mit dem überkritischen Fluid unter Ausbildung einer stabilen Lösung und/oder Dispersion des Farbstoffes in dem überkritischen Fluid in Kontakt bringt, dadurch gekennzeichnet, daß man die für die Färbung erforderliche Farbstoffmenge auf eine Vielzahl von Farbstoffteilchen aufteilt und jede Farbstoffteilmenge für sich so lange mit dem überkritischen Fluid in Kontakt bringt, bis diese Farbstoffteilmenge gelöst bzw. dispergiert ist, daß man hiernach erst die nächste Farbstoffteilmenge in das überkritische Fluid einbringt und daß man diesen Vorgang so oft wiederholt, bis man die gesamte Farbstoffmenge in das überkritische Fluid eingebracht hat.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die für die Färbung erforderliche Farbstoffmenge auf 5 bis 200, insbesondere auf 20 bis 90, Farbstoffteilchen aufteilt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man jede Farbstoffteilmenge derart in den Strom des überkritischen Fluids einbringt, daß das pro Zeiteinheit umgewälzte überkritische Fluid insgesamt mit der Farbstoffteilmenge mindestens einmal in Kontakt gebracht wird.
4. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man unmittelbar stromab der Förderpumpe für das überkritische Fluid die Farbstoffteilchen mit dem überkritischen Fluid in Kontakt bringt.
5. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche,

che, dadurch gekennzeichnet, daß man die Vielzahl der Farbstoffteilchen bei den für die jeweilige Färbung ausgewählten Temperatur- und Druckbedingungen in das überkritische Fluid einbringt.

6. Vorrichtung zum Eintragen eines Farbstoffes in Teilchen in ein zum Färben eines textilen Substrates verwendetes überkritisches Fluid, wobei der Vorrichtung ein mit einem Fluidzirkulationssystem versehener Autoklave zugeordnet ist und das Flottenzirkulationssystem eine Förderpumpe umfaßt, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung (A) eine Farbstoffeintragvorrichtung (1) aufweist, die zwischen einer ersten Stellung, in der mindestens ein Farbstoffaufnahmabschnitt (2) der Farbstoffeintragvorrichtung (1) frei zugänglich ist, und einer zweiten Stellung, in der sich der mindestens eine Farbstoffaufnahmehabschnitt (2) in Kontakt mit dem überkritischen Fluid befindet, und umgekehrt hierzu, bewegbar ist.

7. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Farbstoffeintragvorrichtung (1) als quer zur Strömungsrichtung des überkritischen Fluids verschiebbare Stange (1) ausgebildet ist, wobei die Stange (1) mindestens einen, als ringsförmige Nut und/oder als Durchtrittsbohrung (2) ausgestalteten Farbstoffaufnahmehabschnitt aufweist.

8. Vorrichtung nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung ein Gehäuse (3), vorzugsweise ein zylindrisches Gehäuse, aufweist, das mit einem Verbindungsbereich (10) zur Zuführung des überkritischen Fluids und einem Abführbereich (11) zur Abführung des mit Farbstoff beladenen überkritischen Fluids versehen ist, und daß innerhalb des Gehäuses (3) die Farbstoffeintragvorrichtung (1) vorgesehen ist.

9. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß das Gehäuse (3) mit gegenüberliegenden Verschlüssen (5) versehen ist.

10. Vorrichtung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Verschlüsse Lager- und Dichtelemente (6-9) zur fluiddichten axial verschiebbaren Lagerung der als Stange (1) ausgebildeten Farbstoffeintragvorrichtung aufweisen.

11. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß die als Stange (1) ausgestaltete Farbstoffeintragvorrichtung mindestens eine Durchtrittsbohrung (2) aufweist, die kopf- und/oder fußseitig mit einer entfernbaren Siebplatte versehen ist.

12. Vorrichtung nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Siebplatte eine Sintermetallplatte ist, deren Poren eine Porengröße kleiner oder gleich 30 µm, vorzugsweise kleiner oder gleich 15 µm, besitzen.

13. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Farbstoffeintragvorrichtung als drehbare Scheibe ausgestaltet ist, wobei die Scheibe an ihrem äußeren Rand über ihren radialen Umfang gleichmäßig verteilt mindestens zwei Farbstoffaufnahmehabschnitte aufweist, derart, daß sich stets mindestens ein Farbstoffaufnahmehabschnitt in der ersten Stellung und der mindestens eine andere Farbstoffaufnahmehabschnitt in der zweiten Stellung befindet, und daß durch eine Drehung der Scheibe der mindestens eine Farbstoffaufnahmehabschnitt aus der ersten in die zweite Stellung und der mindestens eine andere Farbstoffaufnahmehabschnitt aus der zweiten in die erste Stellung bringbar sind.

14. Vorrichtung nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Scheibe vier bis acht über ihren Um-

11

12

fang gleichmäßig verteilte Farbstoffaufnahmear-
schnitte aufweist.

15. Vorrichtung nach Anspruch 13 oder 14, dadurch
gekennzeichnet, daß die Farbstoffaufnahmearabschnitte
als Durchtrittsbohrungen ausgebildet sind. 5

16. Vorrichtung nach Anspruch 15, dadurch gekenn-
zeichnet, daß die Durchtrittsbohrungen kopf- und/oder
bodenseitig mit einer Sintermetallplatte verschließbar
sind, deren Poren eine Porengröße kleiner oder gleich
30 µm, vorzugsweise kleiner oder gleich 15 µm, besit- 10
zen.

17. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 16,
dadurch gekennzeichnet, daß der Farbstoffeintragevor-
richtung (1) eine Farbstoffbeschickungseinrichtung (4)
zugeordnet ist. 15

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

- Leerseite -

Fig. 1